

IN THE U.S. PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Applicant: Toshiya HAGIHARA et al. Conf.: Unknown
Appl. No.: New Group: Unknown
Filed: October 21, 2003 Examiner: Unknown
For: POLISHING COMPOSITION

L E T T E R

Commissioner for Patents
P.O. Box 1450
Alexandria, VA 22313-1450

October 21, 2003

Sir:

Under the provisions of 35 U.S.C. § 119 and 37 C.F.R. § 1.55(a), the applicant(s) hereby claim(s) the right of priority based on the following application(s):

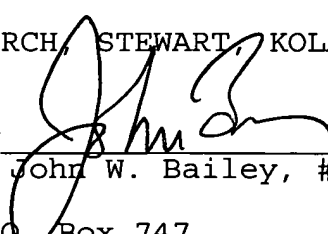
<u>Country</u>	<u>Application No.</u>	<u>Filed</u>
JAPAN	2002-316224	October 30, 2002

A certified copy of the above-noted application(s) is(are) attached hereto.

If necessary, the Commissioner is hereby authorized in this, concurrent, and future replies, to charge payment or credit any overpayment to Deposit Account No. 02-2448 for any additional fee required under 37 C.F.R. §§ 1.16 or 1.17; particularly, extension of time fees.

Respectfully submitted,

BIRCH, STEWART, KOLASCH & BIRCH, LLP

By 
John W. Bailey, #32,881

JWB/rem
1422-0609P

P.O. Box 747
Falls Church, VA 22040-0747
(703) 205-8000

Attachment(s)

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

Toshiya HAGIHARA s.a.
October 21, 2002
GSN 227
(709) 205-8000
1422-0609P
1021

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 2002年10月30日
Date of Application:

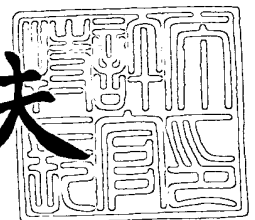
出願番号 特願2002-316224
Application Number:
[ST. 10/C]: [JP 2002-316224]

出願人 花王株式会社
Applicant(s):

2003年 8月 8日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今井康夫



出証番号 出証特2003-3064100

【書類名】 特許願

【整理番号】 KAP02-0928

【提出日】 平成14年10月30日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C09K 3/14

【発明者】

 【住所又は居所】 和歌山市湊 1 3 3 4 番地 花王株式会社研究所内

 【氏名】 萩原 敏也

【発明者】

 【住所又は居所】 和歌山市湊 1 3 3 4 番地 花王株式会社研究所内

 【氏名】 藤井 滋夫

【特許出願人】

 【識別番号】 000000918

 【氏名又は名称】 花王株式会社

【代理人】

 【識別番号】 100095832

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 細田 芳徳

【手数料の表示】

 【予納台帳番号】 050739

 【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

 【物件名】 明細書 1

 【物件名】 要約書 1

 【包括委任状番号】 0012367

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 研磨液組成物

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 研磨材、酸及び／又はその塩、水を含有してなる研磨液組成物であって、研磨液組成物 1 k g 中の銅 (C u) の含有量が 1 m g 以下である研磨液組成物。

【請求項 2】 研磨材がコロイダルシリカである請求項 1 記載の研磨液組成物。

【請求項 3】 N i 元素を基板表面に有する磁気ディスク基板の研磨用である請求項 1 又は 2 記載の研磨液組成物。

【請求項 4】 請求項 1 ～ 3 いずれか記載の研磨液組成物を用いて基板の表面欠陥を低減する方法。

【請求項 5】 請求項 1 ～ 3 いずれか記載の研磨液組成物を用いる研磨工程を有する基板の製造方法。

【請求項 6】 研磨工程が表面研磨の仕上げ工程である、請求項 5 記載の基板の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

【発明の属する技術分野】

本発明は、研磨液組成物、該研磨液組成物を用いた基板の表面欠陥の低減方法及び前記研磨液組成物を用いた基板の製造方法に関する。

【0 0 0 2】

【従来の技術】

近年のメモリーハードディスクドライブには、高容量・小径化が求められ記録密度を上げるために磁気ヘッドの浮上量を低下させたり、単位記録面積を小さくすることが強いられている。それに伴い、磁気ディスク用基板の製造工程においても研磨後に要求される表面品質は年々厳しくなっており、ヘッドの低浮上に対応して、表面平滑性の向上や表面欠陥の低減が求められている。

【0 0 0 3】

このような要求に対して、表面粗さRa、Rmax、スクラッチ、ピット、突起等の表面平滑性を向上させた研磨液組成物が提案されている（特許文献1、2を参照）。しかしながら、このように表面平滑性が向上した結果、これまで検出されなかったピットや突起等の表面欠陥が新たに発見されるようになり、この発生を低減させることが問題になっている。

【0004】**【特許文献1】**

特開平11-167715 号公報（請求項1）

【特許文献2】

特開平11-246849 号公報（請求項1）

【0005】**【発明が解決しようとする課題】**

本発明の目的は、メモリーハードディスクの基板研磨、特に仕上げ研磨用として、ピットや突起等の表面欠陥を低減することが可能である研磨液組成物、該研磨液組成物を用いた基板の表面欠陥の低減方法及び前記研磨液組成物を用いた基板の製造方法を提供することにある。

【0006】**【課題を解決するための手段】**

即ち、本発明の要旨は、

- 〔1〕 研磨材、酸及び／又はその塩、水を含む含有してなる研磨液組成物であって、研磨液組成物1kg中の銅（Cu）の含有量が1mg以下である研磨液組成物、
 - 〔2〕 前記〔1〕記載の研磨液組成物を用いて基板の表面欠陥を低減する方法、並びに
 - 〔3〕 前記〔1〕記載の研磨液組成物を用いる研磨工程を有する基板の製造方法
- に関する。

【0007】**【発明の実施の形態】**

本発明の研磨液組成物は、研磨材、酸及び／又はその塩、水を含有してなる研磨液組成物であって、研磨液組成物 1 k g 中の銅 (C u) の含有量が 1 m g 以下であることを特徴とする。このような、従来全く考慮されていなかった研磨液組成物中の銅含有量を特定量以下に調節した本発明の研磨液組成物を、例えば、メモリーハードディスクの基板研磨、特に仕上げ研磨に使用することによって、ピットや突起等の表面欠陥を低減することができるという優れた効果が発現される。

【 0 0 0 8 】

本発明において、C u の含有量は、研磨液組成物をフッ化水素酸、硝酸等で処理し、シリカ等の C u 定量に妨害となる元素を除去し、C u を溶解した後、4 重極型誘導結合プラズマ質量分析装置 (I C P 質量分析装置) にて定量を行うことで得ることができる。I C P 質量分析装置としては、セイコーインスツルメンツ (株) 製、「S P Q - 8 0 0 0 (高感度使用)」(商品名) 等が挙げられる。

【 0 0 0 9 】

C u の含有量は、基板の表面欠陥を低減する観点から、研磨液組成物中において 1 m g / k g 以下であり、好ましくは 0 . 5 m g / k g 以下、より好ましくは 0 . 1 m g / k g 以下、さらに好ましくは 0 . 0 7 m g / k g 以下、特に好ましくは 0 . 0 5 m g / k g 以下、さらに特に好ましくは 0 . 0 3 m g / k g 以下、最も好ましくは 0 . 0 2 m g / k g 以下である。

【 0 0 1 0 】

C u の含有量を特定量以下に低減するには、研磨液を調製するそれぞれの原料の C u 含有量を低減する必要がある。それらの原料が低濃度に管理されたものを選定する必要があり、またその製造における各原料の C u の除去、製造後の精製そして製造設備からの汚染防止対策等が講じられたものであることが好ましい。たとえば、コロイダルシリカを研磨材として使用する場合には、その原料となるシリカカレット等の製造においても、原石の選定、精製が十分なものである必要があり、製造装置、設備に至るまで C u の汚染を防止する種々の対策が講じられたものである必要がある。

【 0 0 1 1 】

また、本発明においては、ピットや突起等の表面欠陥をより低減することができるといふ観点から、前記イオン化傾向がNiより小さいCu以外の金属元素の含有量が少ないことが好ましい。イオン化傾向がNiより小さいCu以外の金属元素とは、Sn、Pb、Ag、Pt、Au等である。この中でも、特に、Sn、Pbの含有量の少ないものが好ましい。

【0012】

これらのイオン化傾向がNiより小さいCu以外の金属元素の各々の金属含有量は、研磨液組成物中において1mg/kg以下であることが好ましく、より好ましくは0.5mg/kg以下、さらに好ましくは0.1mg/kg以下、さらに好ましくは0.07mg/kg以下、特に好ましくは0.05mg/kg以下、さらに特に好ましくは0.03mg/kg以下、最も好ましくは0.02mg/kg以下である。中でも、これらのイオン化傾向がNiより小さいCu以外の金属元素とCuとの総含有量が1mg/kg以下であることが最も好ましい。

【0013】

本発明において、前記Cu及びイオン化傾向がNiより小さいCu以外の金属元素（以下、まとめて単に「金属元素」という）は、金属、無機金属塩、有機金属化合物、イオン等のあらゆる形態で存在するものをすべて含む。

【0014】

これらの金属元素は、研磨液組成物を構成する後述の研磨材や酸、酸化剤等の添加剤、水の各成分からもちこまれたり、研磨液組成物を製造する装置からもちこまれる。そのために、本発明の研磨液組成物においては、これらの金属元素の含有量の少ない成分を用いたり、研磨液組成物を製造する装置は、これらの金属元素を含む部材を使用しないようにして、研磨液組成物中の金属元素の含有量が前記範囲を越えないようにすることが好ましい。

【0015】

本発明に使用される研磨材には、研磨用に一般に使用されている研磨材を使用することができる。該研磨材として、金属；金属又は半金属の炭化物、窒化物、酸化物、ホウ化物；ダイヤモンド等が挙げられる。金属又は半金属元素は、周期律表（長周期型）の2A、2B、3A、3B、4A、4B、5A、6A、7A又

は 8 A 族由来のものである。研磨材の具体例として、酸化アルミニウム、炭化珪素、ダイヤモンド、酸化マグネシウム、酸化亜鉛、酸化チタン、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、シリカ等が挙げられ、これらを 1 種以上使用することは研磨速度を向上させる観点から好ましい。中でも、酸化アルミニウム、シリカ、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、酸化チタン等が、半導体ウエハや半導体素子、磁気記録媒体用基板等の精密部品用基板の研磨に適している。酸化アルミニウムについては、 α 、 θ 、 γ 等種々の結晶系が知られているが、用途に応じ適宜選択、使用することができる。この内、シリカ、特にコロイダルシリカは、より高度な平滑性を必要とする高記録密度メモリー磁気ディスク用基板の最終仕上げ研磨用途や半導体デバイス基板の研磨用途に適している。

【0016】

研磨材の一次粒子の平均粒径は、200 nm 以下であり、研磨速度を向上させる観点から、好ましくは 10～200 nm、さらに好ましくは 20～150 nm、特に好ましくは 50～100 nm である。さらに、一次粒子が凝集して二次粒子を形成している場合は、同様に研磨速度を向上させる観点及び被研磨物の表面粗さを低減させる観点から、その二次粒子の平均粒径は、好ましくは 50～3000 nm、さらに好ましくは 100～1500 nm、特に好ましくは 200～1200 nm である。研磨材の一次粒子の平均粒径は、走査型電子顕微鏡や透過型電子顕微鏡で観察（好適には 3000～500000 倍）して画像解析を行い、2 軸平均粒径を測定することにより求めることができる。また、二次粒子の平均粒径はレーザー光回折法を用いて体積平均粒径として測定することができる。

【0017】

また、本発明においては、表面粗さ (R_a 、 R_{max})、うねり (W_a) を低減し、スクラッチ等の表面欠陥を減少させて、表面品質を向上させる観点から、研磨材としてシリカ粒子を用いることがより好ましい。シリカ粒子としては、コロイダルシリカ粒子、ヒュームドシリカ粒子、表面修飾したシリカ粒子等が挙げられ、中でも、コロイダルシリカ粒子が好ましい。なお、コロイダルシリカ粒子は、例えば、ケイ酸水溶液から生成させる製法により得ることができる。

【0018】

シリカ粒子の一次粒子の平均粒径は、研磨速度を向上させる観点から、好ましくは1 nm以上、より好ましくは10 nm以上、さらに好ましくは20 nm以上であり、表面粗さ(Ra、Rmax)、うねり(Wa)を低減する観点から、200 nm以下、好ましくは150 nm以下、より好ましくは120 nm以下、特に好ましくは100 nm以下である。該一次粒子の平均粒径は、好ましくは1～200 nm、より好ましくは1～150 nm、さらに好ましくは10～120 nm、特に好ましくは20～100 nmである。なお、該粒径は透過型電子顕微鏡で観察して(好適には3000倍～500000倍)画像解析を行い、2軸平均径を測定することにより求めることができる。

【0019】

また、シリカ粒子は、経済的な研磨速度を達成する観点及び表面平滑性に優れ、表面欠陥のない良好な面質を達成する観点から、小粒径側からの積算粒径分布(個数基準)が50%となる粒径(D50)が好ましくは10～200 nm、より好ましくは20～150 nm、さらに好ましくは30～120 nmとなる粒径分布を示すことが好ましい。

【0020】

本発明において、前記で示される粒径分布を有するシリカ粒子を含有した研磨液組成物を使用することで、研磨後の基板の表面粗さが小さく、且つ突起や研磨傷等の表面欠陥を発生することなく、経済的な速度で基板の研磨をすることができるという効果が発現される。

【0021】

研磨液組成物中における研磨材の含有量は、研磨速度を向上させる観点から、好ましくは0.5重量%以上、より好ましくは1重量%以上、さらに好ましくは3重量%以上、特に好ましくは5重量%以上であり、また、表面品質を向上させる観点、及び経済性の観点から、好ましくは20重量%以下、より好ましくは15重量%以下、さらに好ましくは13重量%以下、特に好ましくは10重量%以下である。

【0022】

すなわち、該含有量は、好ましくは0.5～20重量%、より好ましくは1～15重量%、さらに好ましくは3～13重量%、特に好ましくは5～10重量%である。

【0023】

本発明に用いられる酸としては、 pK_1 が7以下の化合物が好ましく、微小スクラッチを低減する観点から、 pK_1 が3以下、より好ましくは2.5以下、さらに好ましくは2以下、特に好ましくは1.5以下、最も好ましくは pK_1 で表せない程の強い酸性を示す化合物が望ましい。その例としては、硝酸、硫酸、亜硫酸、過硫酸、塩酸、過塩素酸、リン酸、ホスホン酸、ホスフィン酸、ピロリン酸、シュウ酸、アミド硫酸、アスパラギン酸、2-アミノエチルホスホン酸、グルタミン酸、ピコリン酸等が挙げられる。中でも、微小スクラッチを低減する観点から、硝酸、硫酸、塩酸及び過塩素酸が好ましい。これらの酸は単独で又は2種以上を混合して用いてもよい。ここで、 pK_1 とは有機化合物または無機化合物の酸解離定数(25℃)の逆数の対数値を通常 PK_a と表し、そのうちの第一酸解離定数の逆数の対数値を pK_1 としている。各化合物の pK_1 は例えば改訂4版化学便覧(基礎編)II、pp316-325(日本化学会編)等に記載されている。なお、本発明においては、微小スクラッチの低減と研磨速度の両立の観点から、 pK_1 が2以下の酸を用いることが特に好ましい。

【0024】

また、本発明においては、前記酸の塩を酸のかわりに使用することができる。塩の対イオンとしては、イオン化傾向がNiより大きい金属元素、アンモニウムイオン等が挙げられ、中でも、ナトリウム、ニッケル、カリウム、鉄、アンモニウムイオン等が好ましい。

【0025】

酸及びその塩の研磨液組成物中における含有量は、十分な研磨速度を発揮する観点および表面品質を向上させる観点から、0.0001~5重量%が好ましく、より好ましくは0.0003~3重量%であり、さらに好ましくは0.001~2重量%、特に好ましくは0.0025~1重量%である。

【0026】

また、本発明の研磨液は、必要に応じて他の成分を配合することができる。該他の成分として、研磨速度を向上させる観点から、酸化剤を配合することが好ましい。また、該他の成分として、増粘剤、分散剤、防錆剤、塩基性物質、界面活

性剤等が挙げられる。

【0027】

本発明に用いられる酸化剤としては、過酸化物、過マンガン酸又はその塩、クロム酸又はその塩、硝酸又はその塩、ペルオキシ酸又はその塩、酸素酸又はその塩、金属塩類、硫酸類等が挙げられる。

【0028】

前記過酸化物としては、過酸化水素、過酸化ナトリウム、過酸化バリウム等；硝酸塩としては、硝酸鉄 (III)、硝酸アンモニウム等；ペルオキシ酸又はその塩としては、ペルオキシ二硫酸、ペルオキシ二硫酸アンモニウム、ペルオキシ二硫酸金属塩、ペルオキシリン酸、ペルオキシ硫酸、ペルオキシホウ酸ナトリウム、過ギ酸、過酢酸、過安息香酸、過フタル酸等；酸素酸又はその塩としては、次亜塩素酸、次亜臭素酸、次亜ヨウ素酸、塩素酸、臭素酸、ヨウ素酸、次亜塩素酸ナトリウム、次亜塩素酸カルシウム等；金属塩類としては、塩化鉄 (III)、硫酸鉄 (III)、クエン酸鉄 (III)、硫酸アンモニウム鉄 (III)等が挙げられる。好ましい酸化剤としては、過酸化水素、硝酸鉄 (III)、過酢酸、ペルオキシ二硫酸アンモニウム硫酸鉄 (III)及び硫酸アンモニウム鉄 (III)等が挙げられる。特に、表面に金属イオンが付着せず汎用に使用され安価であるという観点から過酸化水素が好ましい。これらの酸化物は、単独で又は2種以上を混合して使用してもよい。

【0029】

研磨速度を向上させる観点から、研磨液組成物中の酸化剤の含有量は、好ましくは0.002 重量% 以上、より好ましくは0.005 重量% 以上、さらに好ましくは0.007 重量% 以上、特に好ましくは0.01重量% 以上であり、表面粗さ、うねりを低減し、ピット、スクラッチ等の表面欠陥を減少させて表面品質を向上させる観点及び経済性の観点から、好ましくは20重量% 以下、より好ましくは15重量% 以下、さらに好ましくは10重量% 以下、特に好ましくは5 重量% 以下である。該含有量は、好ましくは0.002 ～20重量% 、より好ましくは0.005 ～15重量% 、さらに好ましくは、0.007 ～10重量% 、特に好ましくは0.01～5 重量% である。

【0030】

本発明の研磨液組成物中の水は、媒体として使用されるものであり、研磨液組成物中での含有量は、被研磨物を効率よく研磨する観点から、好ましくは55重量%以上であり、より好ましくは67重量%以上であり、さらに好ましくは75重量%以上であり、特に好ましくは84重量%以上であり、また、好ましくは99.4999重量%以下、より好ましくは98.9947重量%以下、さらに好ましくは96.992重量%以下、特に好ましくは、94.9875重量%以下である。該含有量は、好ましくは55～99.4999重量%、より好ましくは67～98.9947重量%、さらに好ましくは75～96.992重量%、特に好ましくは84～94.9875重量%である。

【0031】

尚、前記研磨液組成物中の各成分の濃度は、該組成物製造時の濃度及び使用時の濃度のいずれであってもよい。通常、濃縮液として研磨液組成物は製造され、これを使用時に希釈して用いる場合が多い。

【0032】

本発明の研磨液組成物は、研磨材、酸及び／又はその塩、水、必要であれば酸化剤等の他の成分等を公知の方法で混合することにより調製することができる。

【0033】

本発明の研磨液組成物のpHは、被加工物の種類や要求性能に応じて適宜決定することが好ましい。被研磨物の材質により一概に限定はできないが、一般に金属材料では研磨速度を向上させる観点からpHは酸性が好ましく、7.0未満が好ましく、より好ましくは6.0以下、さらに好ましくは5.0以下、特に好ましくは4.0以下であることが望ましい。また、人体への影響や機械の腐食性の観点から、pHは1.0以上であることが好ましく、より好ましくは1.2以上、さらに好ましくは1.4以上、特に好ましくは1.6以上である。特にニッケルーリン(Ni-P)メッキされたアルミニウム合金基板等の金属を主対象とした精密部品基板においては、研磨速度の観点から、pHは酸性にすることが好ましく、研磨速度を向上させる観点からpHは4.5以下が好ましく、より好ましくは4.0以下、さらに好ましくは3.5以下、特に好ましくは3.0以下である。従って、重視する目的に合わせてpHを設定すればよいが、特にNi-Pメッキされたアルミニウム合金基板等の金属を対象とした精密部品基板においては、前記観点を総合して、p

Hは1.0 ~4.5 が好ましく、より好ましくは1.2 ~4.0 、さらに好ましくは1.4 ~3.5 、特に好ましくは1.6 ~3.0 である。pHは硝酸、硫酸等の無機酸やシュウ酸等の有機酸、アンモニウム塩、アンモニア水、水酸化カリウム、水酸化ナトリウム、アミン等の塩基性物質を適宜、所望量で配合することにより調整することができる。

【0034】

かかる構成を有する本発明の研磨液組成物は、公知の研磨方法に用いることで基板の表面欠陥を低減して高い研磨速度を発揮することができる。この場合、本発明の研磨液組成物は、そのまま、あるいは本発明の研磨液組成物の組成となるように各成分を混合して研磨液組成物を調製して用いることができる。

【0035】

本発明の研磨液組成物が対象とする被研磨物の材質は、例えば、シリコン、アルミニウム、ニッケル、タングステン、銅、タンタル、チタン等の金属又は半金属およびこれらの合金、及びガラス、ガラス状カーボン、アモルファスカーボン等のガラス状物質、アルミナ、二酸化珪素、窒化珪素、窒化タンタル、炭化チタン等のセラミック材料、ポリイミド樹脂等の樹脂等が挙げられる。これらの中では、アルミニウム、ニッケル、タングステン、銅等の金属及びこれらの金属を主成分とする合金が被研磨物であるか、又は半導体素子等の半導体基板のような、それらが金属を含んだ被研磨物であるのが好ましく、Ni-Pメッキされたアルミニウム合金基板が特に好ましい。

【0036】

被研磨物の形状には特に制限がなく、例えば、ディスク状、プレート状、スラブ状、プリズム状等の平面部を有する形状や、レンズ等の曲面部を有する形状が本発明の研磨液組成物を用いた研磨の対象となる。その中でも、ディスク状の被研磨物の研磨に特に優れている。

【0037】

本発明の研磨液組成物は、精密部品基板の研磨に好適に用いられる。例えば、磁気ディスク、光ディスク、光磁気ディスク等の磁気記録媒体の基板、フォトマスク基板、光学レンズ、光学ミラー、光学プリズム、半導体基板等の精密部品基

板の研磨に適している。半導体基板の研磨は、シリコンウェハ（ベアウェハ）のポリッシング工程、埋め込み素子分離膜の形成工程、層間絶縁膜の平坦化工程、埋め込み金属配線の形成工程、埋め込みキャパシタ形成工程等において行われる。本発明の研磨液組成液は、特に、磁気ディスク用基板、中でもNi元素を基板表面に有する磁気ディスク基板の研磨に適している。かかる磁気ディスク基板としては、Ni-P等がメッキされた磁気ディスク基板等が挙げられる。さらに、本発明の研磨液組成物は、前記磁気ディスク用基板の仕上げ研磨に適している。

【0038】

本発明の研磨液組成物を用いる研磨方法としては、例えば、不織布状の有機高分子系研磨布等を貼り付けた研磨盤で基板を挟み込み、研磨液組成物を研磨面に供給し、一定圧力を加えながら研磨盤や基板を動かすことにより研磨する方法等が挙げられる。前記方法において、本発明の研磨液組成物を用いることにより、ピットや突起等の表面欠陥の発生を抑制し、かつ研磨速度を向上させることができる。即ち、前記研磨方法は、基板の表面欠陥を低減する方法である。

【0039】

本発明の基板の製造方法は、前記研磨液組成物を用いた研磨工程を有し、該研磨工程は、複数の研磨工程の中でも2工程目以降に行われるのが好ましく、最終研磨工程に行われるのが特に好ましい。中でも、基板の腐食量が少なく、表面欠陥が発生しにくい観点から、本発明の基板の製造方法においては、研磨工程の中でも前記研磨液組成物を表面研磨の仕上げ工程に用いることが好ましい。

【0040】

製造された基板は、ピット、突起等の表面欠陥が低減されていることに加え、表面平滑性に優れたものである。

【0041】

以上のように、本発明の研磨液組成物を用いることで、ピット、突起等の表面欠陥を低減した高品質の基板を生産効率よく製造することができる。

【0042】

本発明の研磨液組成物は、ポリッシング工程において特に効果があるが、これ以外の研磨工程、例えば、ラッピング工程等にも同様に適用することができる。

【0043】

【実施例】

(被研磨物)

被研磨物として、Ni-Pメッキされた基板をアルミナ研磨材を含有する研磨液であらかじめ粗研磨し、基板表面粗さ1nmとした、厚さ0.8mmの95mmφのアルミニウム合金基板（以下、Ni-Pメッキした被研磨基板）を用いて評価を行った。

【0044】

実施例1～8及び比較例1～4

表1に示すようにコロイダルシリカA〔平均粒径(D50)30nm、SiO₂濃度40重量%、銅含量30μg/kg〕またはコロイダルシリカB〔平均粒径(D50)50nm、SiO₂濃度30重量%、銅含量100μg/kg〕と硫酸または硫酸塩と35%過酸化水素水と60%1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸とイオン交換水とを添加、混合し、銅含量の異なるpH2の研磨液組成物を得た。なお、研磨液組成物中の各成分の含有量としては、表1に示すもののほか、過酸化水素水0.3重量%、1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸0.5重量%、残部は水であった。

【0045】

また、研磨液組成物中の銅含量は、研磨液組成物をフッ化水素酸、硝酸で処理し、シリカ等のCu定量に妨害となる元素を除去し、Cuを溶解した後、4重極型誘導結合プラズマ質量分析装置（ICP質量分析装置：セイコーインスツルメンツ（株）製、商品名：SPQ-8000（高感度使用））にて定量を行い、得た。

【0046】

ビニールパック（チャック付き、25×15cm）に、得られた研磨液組成物500gと表面をNi-Pメッキした被研磨基板1枚を入れ、空気を抜き、35℃に加温しながら静置し、1日後及び5日後に基板を取り出し、基板の重量変化を測定すると共に、表面状態を観察して下記基準により評価した。結果を表1に示す。なお、基板観察は、強力ライトを用い、基板表面を目視により行った。

◎：光沢を保持しているもの

○：光沢がわずかに減っているもの

△：光沢が少なく、わずかに白くなっているもの

×：白くなってしまったもの

本発明においては、◎、○、△を合格品とする。

【0047】

【表1】

	コロイダルシリカ (含有量) ¹⁾	硫酸又は硫酸塩 (含有量)	銅含量 (mg/kg)	基板1日後		基板5日後	
				重量減(mg)	観察	重量減(mg)	観察
実施例1	A (7%)	—	0.008	0.03	◎	0.08	○
実施例2	B (7%)	—	0.03	0.04	○	0.14	△
実施例3	A (7%)	硫酸 (2 mg/kg)	0.008	0.03	◎	0.08	○
実施例4	A (7%)	硫酸トリウム (2 mg/kg)	0.008	0.03	◎	0.09	○
実施例5	A (7%)	硫酸ニッケル ²⁾ (6 mg/kg)	0.008	0.03	◎	0.08	○
実施例6	A (7%)	硫酸銅 ³⁾ (0.05mg/kg)	0.016	—	—	0.11	○
実施例7	A (7%)	硫酸銅 (0.2 mg/kg)	0.06	—	—	0.15	△
実施例8	A (7%)	硫酸銅 (0.6 mg/kg)	0.15	—	—	0.16	△
比較例1	A (7%)	硫酸銅 (5.6mg/kg)	1.4	0.07	△	0.19	×
比較例2	A (7%)	硫酸銅 (20 mg/kg)	5	—	—	0.20	×
比較例3	A (7%)	硫酸銅 (200mg/kg)	50	—	—	0.21	×
比較例4	A (7%)	硫酸銅 (2000mg/kg)	500	—	—	0.22	×

1) コロイダルシリカの含有量は、研磨液組成物中における重量%をいう

2) 硫酸ニッケル：硫酸ニッケル6水塩

3) 硫酸銅：硫酸銅6水塩

【0048】

実施例9、10及び比較例5、6

実施例1、2及び比較例1、2で用いた研磨液組成物を使用して、以下の両面加工機の設定条件でNi-Pメッキした被研磨基板をポリッシングした後、以下の洗浄機によって洗浄、研磨し、磁気記録媒体用基板として用いられるNi-Pメッキされたアルミニウム合金基板の研磨物を得た。

【0049】

研磨条件を下記に示す。

<研磨条件の設定条件>

両面加工機：スピードファーム（株）製 9B型両面加工機

加工圧力：8kPa

研磨パッド：Bellatrix N0058（鐘紡（株）製）

定盤回転数：30r/min

研磨液組成物供給量：30ml/min

研磨時間：5分

投入した基板の枚数：10枚

【0050】

<洗浄機>

日立電子エンジニアリング（株）製「スクラバーSS-5250-05」（商品名）を使用し、洗浄時間10秒、2回スクラブ洗浄後、60℃イオン交換水にて遠心乾燥を行った。

【0051】

洗浄後の基板を微分干渉式顕微鏡（対物レンズ50倍、モニター倍率28倍、実質倍率1400倍）を用い、その表面の最小突起又は複雑なピットについて観察し、以下の方法に基づいて評価した。結果を表2に示す。

【0052】

基板表面のピット、微小突起の評価法

研磨後の任意の5枚を取り、裏表計10面をXY方向すべてを観察し、それらの個数を1面当たりのXY観察個数として、平均化し、下記基準で評価した。

◎：ピット、突起が0.3個以下

○：ピット、突起が0.3個を越えて、1個以下

△：ピット、突起が1個を越えて、10個以下

×：ピット、突起が10個以上

本発明において、◎、○を合格品とする。

【0053】

【表 2】

	基板表面 ピット、微小突起
実施例 9	◎
実施例 10	○
比較例 5	×
比較例 6	×

【 0 0 5 4 】

表 1 の結果より、実施例 1 ～ 8 で得られた研磨液組成物は、銅含量が多い比較例 1 ～ 4 で得られた研磨液組成物に比べ、基板重量の減少（腐食量）が少なく、そのため基板に光沢が維持されており、基板にほとんど欠陥が発生していないものであることがわかる。

また、表 2 の結果より、銅含量の少ない研磨液組成物を用いた実施例 9、1 0 では、銅含量が多い研磨液組成物を用いた比較例 5、6 に比べ、ピット及び突起の表面欠陥が有意に少ないことがわかる。

【 0 0 5 5 】

【発明の効果】

本発明の研磨液組成物を精密部品用基板の研磨、具体的にはメモリーハードディスクの基板研磨、特に仕上げ研磨用に用いることにより、ピット及び突起が低減した基板を得ることができるという効果が奏される。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】

メモリーハードディスクの基板研磨、特に仕上げ研磨用として、ピットや突起等の表面欠陥を低減することが可能である研磨液組成物、該研磨液組成物を用いた基板の表面欠陥の低減方法及び前記研磨液組成物を用いた基板の製造方法を提供すること。

【解決手段】

研磨材、酸及び／又はその塩、水を含有してなる研磨液組成物であって、研磨液組成物 1 k g 中の銅（C u）の含有量が 1 m g 以下である研磨液組成物、該研磨液組成物を用いて基板の表面欠陥を低減する方法、前記研磨液組成物を用いる研磨工程を有する基板の製造方法。

【選択図】 なし

特願 2 0 0 2 - 3 1 6 2 2 4

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 0 0 0 9 1 8]

1 . 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 2 4 日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都中央区日本橋茅場町 1 丁目 1 4 番 1 0 号

氏 名

花王株式会社

2 . 変更年月日

2 0 0 3 年 4 月 1 8 日

[変更理由]

名称変更

住所変更

住 所

東京都中央区日本橋茅場町 1 丁目 1 4 番 1 0 号

氏 名

花王株式会社